

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-010686

(43)Date of publication of application : 16.01.1996

(51)Int.Cl.

B05D 1/06
B05D 7/24
C09D 5/03
C09D 5/03

(21)Application number : 06-177661

(71)Applicant : KANSAI PAINT CO LTD

(22)Date of filing : 04.07.1994

(72)Inventor : OGOSHI TOSHIO
TATSUNO TADAYOSHI
KAWAMOTO YUUGEN
OGASAWARA TOSHIO

(54) FORMATION OF THERMOSETTING POWDER COATING FILM

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a coating film with superior finishing and corrosion- inhibitive properties by applying a columnar pressed molding of thermosetting powder coating to a face to be coated in two layers so that the spread length meets specified conditions, and then baking these applied layers simultaneously to be thermally set.

CONSTITUTION: When forming a coating film of a thermosetting powder, a compact obtained by compacting at 30kg/mm² so that thermosetting powder coating of about 0.8g becomes a columnar form with a diameter of 13mm and a height of 4mm, is thermally caused to flow at 150° C for 10min, so that the spread length is set at an average diameter of 13 to 25mm. In addition, a thermosetting powder coating obtained by adding 1 to 19.9 pts.wt. of filler for 100 pts.wt. of a thermosetting resin, is applied. Next, the thermosetting powder coating of a compact whose spread length averages 20 to 40mm in dia. and shows the difference of 2mm larger in diameter than the first layer, is applied as a second layer. Finally these applied layers are concurrently cured thermally.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 08.05.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3368055

[Date of registration] 08.11.2002

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-10686

(43) 公開日 平成8年(1996)1月16日

| | | |
|----------------------------|---------------|-----|
| (51) Int. Cl. ⁶ | 識別記号 | F I |
| B05D 1/06 | Z 7415-4F | |
| 7/24 | 301 R 7415-4F | |
| C09D 5/03 | PMZ | |
| | PNB | |

審査請求 未請求 請求項の数 1 F D (全5頁)

| | | | |
|-----------|----------------|----------|---|
| (21) 出願番号 | 特願平6-177661 | (71) 出願人 | 000001409 関西ペイント株式会社 兵庫県尼崎市神崎町33番1号 |
| (22) 出願日 | 平成6年(1994)7月4日 | (72) 発明者 | 大越 利雄 神奈川県平塚市東八幡4丁目17番1号 関 西ペイント株式会社内 |
| | | (72) 発明者 | 龍野 忠義 神奈川県平塚市東八幡4丁目17番1号 関 西ペイント株式会社内 |
| | | (72) 発明者 | 川本 酉元 神奈川県平塚市東八幡4丁目17番1号 関 西ペイント株式会社内 |

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 熱硬化性粉体塗膜形成方法

(57) 【要約】

【構成】 被塗装面に、1段目として、熱硬化性粉体塗料約0.8gを直径13mm、高さ約4mmの円柱状になるように30kg/mm²加圧成型したものを150℃-10分間加熱フローさせた時の広がり長さが平均直径13~25mmであり、かつ熱硬化性樹脂100重量部に対して充填剤を1~19.9重量部含有させてなる熱硬化性粉体塗料を塗装し、次いで、2段目として、上記と同様の方法で測定した加圧成型したものの広がり長さが平均直径20~40mm、かつその広がり長さの差が1段目よりも直径2mm以上大きい熱硬化性粉体塗料を塗装し、続いてこれらの塗装膜を同時に焼付け硬化させる熱硬化性粉体塗膜形成方法。

【効果】 仕上り性及び防食性に優れた塗膜が得られる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 被塗装面に、1段目として、熱硬化性粉体塗料約0.8gを直径1.3mm、高さ約4mmの円柱状になるように30kg/mm²加圧成型したものを150℃-10分間加熱フローさせた時の広がり長さが平均直径1.3~2.5mmであり、かつ熱硬化性樹脂100重量部に対して充填剤を1~19.9重量部含有させてなる熱硬化性粉体塗料を塗装し、次いで、2段目として、上記と同様の方法で測定した加圧成型したものの広がり長さが平均直径2.0~4.0mm、かつその広がり長さの差が1段目よりも直径2mm以上大きい熱硬化性粉体塗料を塗装し、続いてこれらの塗装膜を同時に焼付け硬化させることを特徴とする熱硬化性粉体塗膜形成方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は熱硬化性粉体塗膜形成方法に関する。

【0002】

【従来の技術及びその課題】 従来、エッジ部のある被塗装面に通常の熱硬化性粉体塗料を塗装した場合には、粉体塗料の静電反発によりエッジ部に付着し難いこと及び加熱溶融物の表面張力によってエッジ部の塗膜厚が薄くなる。このためにエッジ部の防食性が劣るといった欠点があった。

【0003】 このエッジ部の防食性を改善するために熱硬化性粉体塗料に顔料を多量に配合したり、ゲル化微粒子を配合する等の種々の方法を試みたが平滑性とエッジ部の塗膜形成とは両立せず、これらを満足するものが今だに得られていないのが実情である。

【0004】

【課題を解決するための手段】 本発明は、上記した問題点を解消するために鋭意研究を重ねた結果、被塗装面に熱硬化性粉体塗料を塗装し、次に該粉体塗料を加熱溶融させずにこのものの上から更に別の熱硬化性粉体塗料を塗装し、続いてこれらの熱硬化性粉体塗料を同時に加熱し硬化させる塗装方法とし、かつ上記2種類の熱硬化性粉体塗料を特定のフロー性に調製したものが平滑性及びエッジ部に対する防食性に優れた硬化塗膜が形成できることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0005】 即ち、本発明は被塗装面に、1段目として、熱硬化性粉体塗料約0.8gを直径1.3mm、高さ約4mmの円柱状になるように30kg/mm²加圧成型したものを150℃-10分間加熱フローさせた時の広がり長さが平均直径1.3~2.5mmであり、かつ熱硬化性樹脂100重量部に対して充填剤を1~19.9重量部含有させてなる熱硬化性粉体塗料（以下、このものを「粉体塗料A」と略す。）を塗装し、次いで、2段目として、上記と同様の方法で測定した加圧成型したものの広がり長さが平均直径2.0~4.0mm、かつその広がり長さの差が1段目よりも直径2mm以上大きい熱硬化性粉体塗料

（以下、このものを「粉体塗料B」と略す。）を塗装し、続いてこれらの塗装膜を同時に焼付け硬化させることを特徴とする熱硬化性粉体塗膜形成方法に係る。

【0006】 本発明方法で用いる粉体塗料Aは、粉体塗料約0.8gを直径1.3mm、高さ約4mmの円柱状になるように30kg/mm²加圧成型したものを150℃-10分間加熱フローさせた時の広がり長さが平均直径1.3~2.5mmのものである。該加圧成型は例えば粉体塗料をKBrデスクプレス（直径1.3mm）（日立製作所社製）に入れ錠剤成型機（島津製作所社製）を用いておこなうことができる。また、加圧成型したものは大きさ長さ15cm×幅10cm×厚さ0.08cmのブライト鋼板（JIS G-3141、SPCC、SB）の脱脂板の上に乘せたのち加熱される。

【0007】 上記粉体塗料Aの広がり長さは平均直径1.3~2.5mmの範囲にあることが重要な要件である。その広がり長さが平均直径2.5mmを上回るとエッジ部を十分に被覆することが難しく、そのために塗膜の防食性が劣るものとなる。

【0008】 粉体塗料Aとしては、例えばエポキシ樹脂系粉体塗料、ポリエステル樹脂系粉体塗料、アクリル樹脂系粉体塗料及びこれらの混合物又はハイブリッド系のものが使用できる。

【0009】 上記エポキシ樹脂系粉体塗料としては、例えばビスフェノール-エピクロロヒドリン型、ノボラック型、脂環式などのエポキシ樹脂を基体樹脂とし、かつ芳香族アミン、酸無水物、ジシアンジアミド又はその誘導体、ジヒドラジド、フェノール樹脂などを硬化剤として含有するものが好ましい。

【0010】 ポリエステル樹脂系粉体塗料としては、例えばテレフタル酸、イソフタル酸及びトリメリット酸などの飽和多塩基酸とエチレングリコール、グリセリン、ネオペンチルグリコール、トリメチロールプロパンなどの多価アルコールを原料とする水酸基及び／又はカルボキシル基含有オイルフリーポリエステルを基体樹脂とし、かつブロックポリイソシアネート、アミノ樹脂、トリグリシジルイソシアヌレートなどを硬化剤として含有するものが好ましい。

【0011】 アクリル樹脂系粉体塗料としては、例えばヒドロキシエチル（メタ）アクリレートと共重合体成分として含有する水酸基含有アクリル樹脂を基体樹脂及びブロックポリイソシアネート、アミノ樹脂を硬化剤とするものやグリシジル（メタ）アクリレートと共重合体成分として含有するグリシジル基含有アクリル樹脂を基体樹脂及びドデカン2酸などの多塩基酸を硬化剤とするものなどが好ましい。

【0012】 また、粉体塗料Aには充填剤を粉体塗料の硬化性樹脂（硬化剤成分も含む）100重量部に対して1~19.9重量部含有することが好ましい。充填剤の含有量が1重量部を下回るとエッジ部に対する防食性が

十分でなく、一方、19.9重量部を上回ると仕上り性が低下するので好ましくない。

【0013】上記充填剤としては、シリカ、アルミナ、チタニア、ジルコニアなどの微粉末であり、該粉末の平均粒子径が5～50 μm (0.005～0.05 μm)、好ましくは5～23 μm (0.005～0.023 μm) の範囲のものを90重量%以上含有するものである。これらの粉末の平均粒径が5 μm より小さくなると粘度およびチクソトロピック性が高すぎて、塗料の製造作業性が著しく低下し、一方、50 μm より大きくなるとチクソトロピック性が低下しエッジ部の被覆性が不十分となるので、いずれも好ましくない。

【0014】粉体塗料Aの広がり長さは、例えば基体樹脂の分子量、Tg (ガラス転移温度) や充填剤配合割合によって調製することができる。

【0015】本発明方法で用いる粉体塗料Bは、前記と同様の方法で測定した加圧成型したものの加熱後の広がり長さが平均直径20～40mm、好ましくは24～40mmの範囲である。その広がり長さが平均直径20mmを下回るとユズ膚などによる仕上り外観が劣り、一方、平均直径40mmを上回るとタレなどによる塗膜欠陥を生じるといった欠点がある。また、粉体塗料Bは加圧成型したものの加熱後の広がり長さの差が平均直径2mm以上大きいものが使用される。この差が平均直径2mmを下回るとユズ膚などによる仕上り外観が劣る。

【0016】粉体塗料Bとしては、前記と同様のエポキシ樹脂系粉体塗料、ポリエステル樹脂系粉体塗料、アクリル樹脂系粉体塗料及びこれらの混合物又はハイブリッド系のものが使用できる。

【0017】粉体塗料Bの広がり長さは、例えば基体樹脂の分子量、Tgによって調製することができる。また、粉体塗料A及びBの平均粒子径は、約10～150 μm のものが好ましい。

【0018】本発明方法において、粉体塗料A及びBとしてそれぞれアクリル樹脂系粉体塗料を用いることが仕上り性の面から好ましい。上記粉体塗料A及びBには着色顔料、ハジキ防止剤、紫外線吸収剤などの塗料用添加剤を必要に応じて配合することができる。

【0019】本発明方法は、被塗装面に粉体塗料Aを静電塗装し、次いで粉体塗料Bを静電塗装したのち、焼付け硬化させることによって実施できる。

【0020】被塗装面としては、静電粉体塗装できるものであれば特に限定されず、例えばアルミニウム、鉄、亜鉛などの金属やこのものに電着塗膜、中塗り塗膜及び着色ベース塗膜 (ソリッドカラー、メタリックカラーなど) などの下地塗膜を施したものが使用できる。また、エッジ部を有する被塗装面としては例えば自動車用アル

ミニウムホイールなどがある。このものは例えばメタリックベース (水性又は溶剤形) 塗料を下塗りとして、また粉体塗料A及びBを上塗りクリヤとして仕上げることもできる。粉体塗料A及びBの塗装膜厚は焼付け硬化後の膜厚で30～150 μm が好ましい。また、焼付けは硬化剤の種類によって異なるが、通常、140℃～260℃で10秒～60分間で十分と思われる。

【0021】

【実施例】以下、実施例を掲げて本発明を詳しく説明する。

粉体塗料E、P、Aの製造例

表1に記載の成分をヘンシェルミキサー (三井三池社製) で混合し、ブスコニーダーPR46 (スイス: ブス社製) 混練機で吐出量30～70kg/H、温度80～120℃、スクリー回転数100rpmの条件で混練する。混練物を3～6mm厚の平板状に取り出し速やかに冷却する。その後2～3mm大に粗粉碎後アトマイザー (富士産業 (株) 製) を用いて微粉碎する。そして150メッシュ標準ふるいを用いてふるい分ける。粗粒を除去して粉体塗料E、P、Aを得る。

【0022】表1中の各成分は次の通りである。

基体樹脂

エポキシ樹脂: エボン1004 (油化シェルエポキシ社製、ビスフェノールA-エピクロルヒドリン型エポキシ樹脂、平均分子量約1400)

ポリエステル樹脂: ファインデックM8010 (大日本インキ社製、水酸基含有ポリエステル樹脂)

アクリル樹脂: アロマテックPD6300 (三井東圧社製、グリシジル基含有アクリル樹脂)

硬化剤

エポキシ用硬化剤: エピキュア108FF (油化シェルエポキシ社製、アミン系)

ポリエステル用硬化剤: IPD1-B1530 (ダイセルヒュルス社製、 ϵ -カプロラクタムでブロック化されたイソホロンジイソシアネート)

アクリル用硬化剤: ドデカン2酸

充填剤: アエロジル#380 (日本アエロジル (株) 製、商品名、微粉末シリカ、平均粒子径7 μm)

添加剤

添加剤a: アクロナール4F (BASF社製)

添加剤b: ペインタッドM (ダウコーニング社製)

【0023】表1中の広がり長さは、粉体塗料約0.8gを直径13mm高さ約4mmの円柱状になるように30kg/mm²加圧成型したものを150℃-10分間加熱させた時の平均直径を測定した数値である。

【0024】

【表1】

表 1

| | | 粉体塗料 E | | | 粉体塗料 P | | | 粉 体 塗 料 A | | | | | |
|------------------|------------|--------|-----|-----|--------|-----|-----|-----------|-----|-----|-----|-----|-----|
| | | 1 | 2 | 3 | 1 | 2 | 3 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 基 体 樹 脂 | エポキシ樹脂 | 100 | 100 | 100 | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| | ポリエステル樹脂 | - | - | - | 100 | 100 | 100 | - | - | - | - | - | - |
| | アクリル樹脂 | - | - | - | - | - | - | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| 硬 化 剤 | エポキシ用硬化剤 | 7 | 7 | 7 | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| | ポリエステル用硬化剤 | - | - | - | 30 | 30 | 30 | - | - | - | - | - | - |
| | アクリル用硬化剤 | - | - | - | - | - | - | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 |
| 充 填 剤 | | 0 | 5 | 15 | 0 | 5 | 15 | 0 | 3 | 10 | 15 | 20 | 25 |
| 添 加 剤 | 添 加 剤 a | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | - | - | - | - | - | - |
| | 添 加 剤 b | - | - | - | - | - | - | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 |
| 広 が り 長 さ (mm) | | 35 | 24 | 18 | 32 | 24 | 19 | 33 | 30 | 23 | 18 | 13 | 13 |

【 0 0 2 5 】 実施例及び比較例

表 2 に記載の第 1 段目塗装用粉体塗料をパネル A に硬化膜厚が 30 ～ 40 μm になるように静電塗装し、次いで表 2 に記載の第 2 段目塗装用粉体塗料を硬化膜厚が 30 ～ 40 μm になるように静電塗装したのち熱風乾燥機で 170℃ - 30 分間加熱して塗膜を形成した。形成した塗膜の仕上り性を評価した。

【 0 0 2 6 】 次にパネル B を用いて上記と同様の方法で塗膜を形成した。形成した塗膜のエッジ防食性について評価した。

パネル A : 冷間圧延鋼板 S P C C (幅 100mm × 長さ 300mm × 厚さ 0.8mm) をトルエンで脱脂したもの。このパネルを仕上り性用に用いた。

パネル B : ドリル (ϕ 10mm 刃) を用いて前記パネル A の中央部に 5mm 間隔で 5ヶ所穴をあけて、裏面にエッジ (バリ、突起) 部のある穴を作成し、この裏面を被塗装面として用いた。

結果を表 2 に示す。

【 0 0 2 7 】

【 表 2 】

30
表 2

| | | 実 施 例 | | | | | | | | | | 比 較 例 | | | | | |
|------------------|----------------|-------|----|----|----|----|----|----|----|----|----|-------|----|----|----|----|----|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 塗 装 工 程 | 第 1 段目 粉体塗装 | E2 | E3 | E2 | E2 | P2 | P3 | A3 | A4 | A5 | A4 | E1 | P1 | A1 | A2 | A6 | A4 |
| | 第 2 段目 粉体塗装 | E1 | E1 | P1 | A1 | P1 | P1 | A1 | A1 | A1 | A2 | E1 | P1 | A1 | A1 | A1 | A3 |
| 塗 膜 性 能 | 仕上り性 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ○ | ○ | ◎ | ◎ | △ | × |
| | エッジ部 防 食 性 | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | × | × | × | × | ◎ | ◎ |

【 0 0 2 8 】 表 2 中の塗膜性能は下記基準に従って評価した。

仕上り性

パネル A に塗装した塗膜を目視で観察し、平滑性を調べた。

50 ◎ 平滑性に優れる。

○ わずかに凹凸がある。

△ かなり凹凸がある

× 凹凸がはげしい。

エッジ部防食性

パネル B に塗装した塗膜を塩水噴霧試験 (J I S Z - 2 3 7 1) で 7 2 H おこなった。穴周辺のエッジ部 (バリ、突起部) のサビの発生を調べた。

◎ サビ発生なし。

○ わずかにサビ発生。

△ かなりサビ発生。

× サビ発生著しい。

【 0 0 2 9 】

【発明の効果】本発明方法は上記した方法であることから下記した効果を発揮する。

(1) エッジ部に対する塗膜の防食性が良い。

(2) タレ、ユズ腐などの塗装欠陥がなく仕上り外観が

良い。

(3) 従来、2 種類の粉体塗料を塗り重ね同時に焼付け硬化させる方法においては、塗料の表面張力を下層の塗膜を形成する塗料よりも上層の塗膜を形成する塗料を小さくすることによって仕上り外観を改善することが行なわれている。しかしながら、該方法ではエッジ部に対する防食性が十分でないこと及び 2 種類の塗料の表面張力を調製するだけでは仕上り外観が十分でないために、通常、有機溶剤系又は水性塗料などの溶液型塗料の上に粉体塗料が塗装されるように、塗料系の異なったものの組み合わせが行なわれており、工程が煩わしいことなどの欠点がある。本発明の方法は、例えば同一系態である粉体塗料を用いしかも一方に充填剤を含有させるだけで防食性及び仕上り性に優れた塗膜が形成できるといった特徴がある。

フロントページの続き

(72) 発明者 小笠原 利男

神奈川県平塚市東八幡 4 丁目 17 番 1 号 関
西ペイント株式会社内